

A5

**BREVET D'INVENTION \***

(21)

**N° 73 21815**

(54)

Procédé de conditionnement dans des emballages sous pression.

(51)

Classification internationale (Int. Cl.<sup>2</sup>). B 65 D 83/14, 77/06.

(22)

Date de dépôt ..... 15 juin 1973, à 12. h 11 mn.

(33) (32) (31)

Priorité revendiquée :

(47)

Date de la mise à la disposition du  
public du brevet ..... B.O.P.I. — «Listes» n. 2 du 10-1-1975.

(71)

Déposant : L'AIR LIQUIDE, SOCIÉTÉ ANONYME POUR L'ÉTUDE ET L'EXPLOITATION  
DES PROCÉDÉS GEORGES CLAUDE, résidant en France.

(72)

Invention de : Michel Rio.

(73)

Titulaire : *Idem* (71)

(74)

Mandataire :

\* La présente publication n'a pas été précédée d'une publication de la demande correspondante.

Dans les récipients de conditionnements de produits aérosols variés, tels que produits liquides visqueux, pâteux ou pulvérulents le produit est habituellement mis sous pression au moyen d'un gaz propulseur et une valve permet de le restituer par fractions sous des formes variées : forme pulvérisée pour les produits liquides ou pulvérulents, forme de mousse pour les produits liquides ou visqueux, forme originelle.

Le propulseur est généralement mélangé ou en contact direct avec le produit. Cependant, il existe des systèmes qui permettent de séparer le produit et le propulseur au moyen d'une poche souple en matière plastique ou en métal mince logée dans le récipient aérosol.

La séparation du produit et du propulseur est rendue nécessaire soit parce que le propulseur n'est pas compatible avec le produit, soit parce que le produit est visqueux ou pâteux et que sa récupération implique qu'il soit forcé à travers la valve. De plus, cette séparation permet de récupérer le produit quelle que soit la position de l'emballage.

Les systèmes de séparation du produit et du propulseur, actuellement existants, utilisent une poche souple étanche au propulseur.

Cependant, le brevet américain N° 2 794 579 (Mc KERNAN) a trait à un récipient sous pression muni d'une valve, avec propulseur liquide, permettant de récupérer le produit propulsé à travers ladite valve. Le propulseur liquide se trouve dans un récipient intérieur. Celui-ci présente une paroi supérieure sous forme de diaphragme qui est imperméable au liquide mais qui est perméable

au propulseur sous sa phase vapeur.

Le brevet français N° 1 205 887 (UNILEVER) a trait à un récipient sous pression muni d'une valve, avec propulseur liquide, permettant de récupérer le produit propulsé à travers ladite valve. Le propulseur liquide se trouve dans un récipient intérieur, celui-ci étant percé d'au moins une ouverture faisant communiquer la phase vapeur du propulseur contenu dans ce récipient avec la matière pouvant s'écouler, contenue dans le récipient extérieur, l'agencement étant tel que le propulseur liquide ne peut sensiblement pas passer dans le récipient extérieur.

Dans ces deux brevets, le récipient intérieur contient un propulseur liquide; le récipient intérieur est muni d'un orifice ou d'un diaphragme perméable à la vapeur du propulseur liquide et imperméable au propulseur liquide.

Le procédé suivant l'invention consiste à disposer dans le récipient une poche souple, de préférence élastique, imperméable aux liquides et perméable aux gaz, déterminant dans le récipient deux espaces, à savoir : l'espace qui se trouve à l'intérieur de la poche et l'espace qui se trouve entre la poche et la paroi du récipient, l'un de ces deux espaces étant relié à la valve, à introduire dans l'espace relié à la valve le produit aérosol dans lequel est dissous un gaz propulseur soluble dans ledit produit aérosol, et à utiliser, dans l'autre espace, un fluide propulseur pratiquement insoluble dans le produit aérosol.

Dans un mode opératoire, on utilise comme fluide pratiquement insoluble dans le produit aérosol, l'air qui se trouve naturellement dans l'espace considéré, tandis que, dans un autre, on introduit sous pression, dans cet espace, le fluide pratiquement insoluble dans le produit aérosol.

Quoi qu'il en soit, le procédé suivant l'invention associe deux propulseurs :

- 1) Un propulseur gazeux et soluble dans le produit à conditionner, tel que par exemple le gaz carbonique  $\text{CO}_2$  ou le protoxyde d'azote  $\text{N}_2\text{O}$ .
- 2) Un propulseur liquide ou gazeux, insoluble ou très peu soluble dans le produit à conditionner.

Le propulseur gazeux soluble est dissous dans le produit à conditionner. Le propulseur gazeux ou liquide, insoluble, ou très peu soluble, est séparé du produit à conditionner par la paroi de la poche souple qui est perméable aux gaz et imperméable aux liquides.

Le produit à conditionner, contenant le propulseur gazeux soluble sous la forme dissoute, est placé par exemple à l'intérieur de la poche souple, le propulseur gazeux ou liquide, insoluble ou très peu soluble, étant situé entre la poche souple et le récipient sous pression. Le propulseur gazeux ou liquide, insoluble ou très peu soluble, peut également être placé à l'intérieur de la

poche souple, le produit à conditionner avec le propulseur gazeux soluble dissous étant placé entre la poche souple et le récipient sous pression.

Pour simplifier, on va supposer que le produit à conditionner dans lequel est dissous le propulseur gazeux soluble est placé dans la poche souple.

5 Au moment du remplissage de la poche, préalablement mise sous vide, le propulseur soluble, dissous dans le produit aérosol se trouve séparé du propulseur insoluble.

Après le remplissage, le propulseur dissous, migre au cours du temps à travers la membrane de la poche et se mélange au propulseur insoluble; la  
10 pression totale de l'aérosol augmente jusqu'à ce que l'équilibre soit obtenu, c'est-à-dire jusqu'à ce que la pression du propulseur soluble à l'extérieur de la poche soit égale à sa tension de dissolution dans le produit aérosol. En définitive, à l'équilibre, le produit aérosol se trouve sous une pression supérieure à la tension du propulseur dissous dans le produit aérosol. Il est donc  
15 possible de prélever une grande partie du produit aérosol sans que le produit restant dans la poche, ne soit soumis à une pression inférieure à la tension du propulseur dissous dans le produit. Il n'y aura pas, par conséquent, possibilité de désorption du gaz dissous sous la forme de bulles dans le produit aérosol.

Ceci constitue un avantage important, notamment pour les produits visqueux ou pâteux restitués sous la forme de mousse.

20 Les principaux avantages du nouveau procédé sont les suivants :

- il permet de conditionner en aérosol des produits visqueux ou pâteux avec une restitution quasi complète du produit.
- la restitution du produit aérosol peut s'effectuer en tenant la bombe  
25 dans n'importe quelle position. L'absence de propulseur soluble désorbé au sein du produit évite une restitution saccadée et des crachements au niveau du diffuseur de la valve.
- le procédé est spécifique des propulseurs gazeux solubles et permet de les valoriser.
- contrairement aux autres procédés à séparation du produit et du propulseur,  
30 il permet de conditionner un produit aérosol restitué sous la forme de mousse et contenant un propulseur gazeux dissous sous pression.

Le procédé s'applique notamment aux produits restitués sous la forme foisonnée (mousse) dans les secteurs suivants :

- 35 - Cosmétiques : en général les produits épais qui ne peuvent pas être mis sous la forme d'aérosol par le procédé classique.
- Pharmacie humaine et vétérinaire : mousses pour les cavités anatomiques, pommades, parfois en phase non aqueuse.

- Alimentaire : gelée, miel, beurré à tartiner, ketchup, crèmes dessert, moutarde, mayonnaise, etc.

5 D'une manière générale, les mousses foisonnées au  $N_2O$  pur sont instables. Leur stabilité augmente avec la viscosité du produit; lorsque la stabilité est jugée satisfaisante, le produit est alors si épais, qu'il ne coule plus et ne peut plus être mis sous forme d'aérosol.

10 L'invention sera mieux comprise à la lecture de la description qui va suivre et à l'examen du dessin annexé dont la figure unique illustre, à titre d'exemple, le procédé suivant l'invention, lorsque le conditionnement sous pression est terminé.

La poche souple peut être réalisée en matière plastique ou élastique. On considérera, dans la suite de l'exposé, qu'elle est en matière élastique. Elle contient le produit à conditionner (2) dans lequel est dissous sous pression le propulseur gazeux soluble; elle comporte un bourrelet élastique (3) serré sur le corps cylindrique (4) de la valve (6). Le bourrelet élastique assure l'étanchéité entre l'intérieur et l'extérieur de la poche souple (1). Le corps de valve (4) comporte un épaulement (5) qui maintient en place le bourrelet élastique et évite son glissement sur le corps de valve (4).

20 Selon une variante, le bourrelet élastique (3) qui termine la poche souple (1) peut être constitué par le joint (7) qui assure l'étanchéité entre le col (8) du récipient (9) et la coupelle métallique (10) sur laquelle est montée la valve (6); la poche souple peut également être terminée par le joint d'étanchéité (non représenté sur la figure) existant entre le corps de valve (4) et la coupelle métallique (10).

25 Le corps de valve (4) comporte une extrémité cylindrique et creuse (11) sur laquelle est fixé le tube (12) qui présente un certain nombre d'orifices (13).

30 Le propulseur insoluble, ou très peu soluble, se trouve à l'extérieur de la poche souple (1) dans les compartiments (14) et (15) déterminés par la poche (1) dans le récipient (9). Il est mélangé au propulseur gazeux soluble dissous initialement dans le produit à conditionner et dont une partie a migré à travers la poche souple (1) dans les compartiments (14) et (15). A l'équilibre, la pression partielle du propulseur gazeux soluble dans les compartiments (14) et (15) est égale à sa pression de dissolution dans le produit à conditionner.

35 La pression totale régnant dans le récipient est égale à la somme des pressions des deux propulseurs; elle est supérieure à la pression de dissolution du propulseur dissous.

Il est donc possible de restituer une quantité importante de produit avant que la pression dans le récipient soit égale ou inférieure à la pression de

dissolution du propulseur dissous dans le produit. On évite ainsi la désorption du propulseur dissous au sein du produit à conditionner. Pour restituer le produit, on ouvre la valve (6); le produit est pulsé à travers les orifices (13) du tube (12) et à travers la valve (6). Les orifices (13) du tube (12) permettent de vider complètement la poche souple (1) jusqu'à ce qu'elle soit plaquée sur le tube (12).

Le conditionnement selon le procédé peut s'effectuer de la manière suivante.

Au départ, on dispose de deux éléments, le récipient (9) et le sous-ensemble constitué par la valve (6) munie de la poche souple (1) du tube (12) et montée sur la coupelle métallique (10) avec son joint (7).

On évacue de la poche souple (1) le gaz qu'elle contient en reliant momentanément la valve (6) à un dispositif permettant de faire le vide, une pompe à palettes par exemple.

Le sous-ensemble est alors monté sur le récipient (9) de telle manière que la coupelle (10) repose sur le col (8) du récipient (9). Le joint (7) est comprimé et on dudgeonne la coupelle (10) sous le col (8) de manière à l'associer au récipient (9) d'une façon étanche. Cette opération est réalisée couramment dans l'industrie des emballages aérosols au moyen d'un outillage approprié.

Le produit à conditionner dans lequel le propulseur soluble a été dissous préalablement sous pression est ensuite injecté dans la poche souple (1) à travers la valve (6) au moyen d'une pompe doseuse. Cette opération est réalisée couramment dans l'industrie des emballages aérosols.

Le propulseur insoluble ou très peu soluble est, dans ce cas, constitué par l'air qui se trouve dans le récipient au moment du dudgeonnage de la valve.

Selon une variante, le récipient est purgé de l'air qu'il contient par le propulseur gazeux insoluble ou très peu soluble, par exemple l'azote ou un gaz rare de l'air avant le dudgeonnage de la valve.

Selon une autre variante, le propulseur insoluble ou très peu soluble est introduit sous la forme liquide dans le récipient préalablement refroidi avant dudgeonnage de la valve. Cette variante s'applique notamment au cas où le propulseur insoluble ou très peu soluble est constitué par un hydrocarbure ou un hydrocarbure halogéné.

Selon une autre variante, les têtes de remplissage multiples couramment utilisées dans l'industrie du conditionnement aérosol permettent de conditionner selon le processus suivant :

La coupelle de valve étant juste posée sur le col du récipient, la tête multiple effectue les opérations suivantes :

- vide facultatif dans le récipient,
- injection du propulseur insoluble ou très peu soluble sous la forme liquide ou gazeuse avec ou sans pression,

- introduction du produit à conditionner dans la poche souple à travers la valve,
- dudgeonnage de la coupelle sur le col du récipient.

Selon une autre variante, le récipient (9) comporte, à sa base en (16),  
5 un orifice bouché hermétiquement par un pion en caoutchouc (17); une aiguille creuse (18) traverse le pion en caoutchouc et donne ainsi accès à l'intérieur du récipient (9). Dans ce cas, le processus de conditionnement est le suivant :

- dudgeonnage de la valve sur le col du récipient,
- vide facultatif dans le récipient par l'aiguille creuse,
- 10 - injection du propulseur insoluble ou très peu soluble sous la forme liquide ou gazeuse avec ou sans pression,
- injection du produit à conditionner dans la poche souple à travers la valve,
- retrait de l'aiguille creuse du pion en caoutchouc qui se referme hermétiquement dès le retrait de l'aiguille.

15 Dans le cas où le conditionnement est effectué avec un propulseur insoluble ou très peu soluble sous la forme liquide, il y a avantage à chauffer légèrement le récipient avant introduction du produit à conditionner dans la poche, de manière à augmenter la tension de vapeur du propulseur pour la rendre égale ou  
20 légèrement supérieure à la pression de dissolution du propulseur soluble dans le produit à conditionner; on évite ainsi le dégazage instantané du propulseur dissous au sein du produit à conditionner lors du remplissage de la poche souple.

Le propulseur gazeux soluble dissous sous pression dans le produit à conditionner peut être associé à un propulseur liquide insoluble ou très peu soluble  
25 tel un hydrocarbure ou un hydrocarbure halogéné dispersé dans le produit à conditionner sous la forme de fines micelles.

Exemple -

Un récipient de 400 ml en aluminium monobloc est purgé de l'air qu'il contient au moyen d'azote pur. On dudgeonne sur le récipient aussitôt après sa  
30 purge la valve munie de sa poche souple.

La poche souple a préalablement été mise sous vide. D'autre part, le fond du récipient en aluminium est muni d'un pion en caoutchouc.

Le pion en caoutchouc est ensuite transpercé par une aiguille creuse et on injecte dans le récipient, au moyen de cette aiguille, de l'azote pur sous une  
35 pression de quatre bars.

Le produit à conditionner préalablement saturé de protoxyde d'azote sous une pression de quatre bars est injecté dans la poche souple, à travers la valve, au moyen d'une pompe doseuse. La dose de la pompe est réglée à 300 ml. Le taux

de remplissage du récipient est par conséquent de 75%.

Durant l'injection des 300 ml de produit à conditionner, l'azote sous quatre bars est refoulé au travers de l'aiguille creuse de telle manière que la pression d'azote dans le récipient soit de quatre bars après l'injection du produit à conditionner.

L'aiguille creuse est alors retirée.

Le protoxyde d'azote dissous dans le produit à conditionner migre à travers la paroi de la poche souple dans le récipient.

Si la solubilité du protoxyde d'azote dans le produit est par exemple de 1 (solubilité de Bunsen), la pression partielle du protoxyde d'azote dans le récipient est approximativement de trois bars à l'équilibre de saturation, étant donné que le taux de remplissage est de 75%.

L'azote qui est pratiquement insoluble dans le produit à conditionner ne s'est pratiquement pas dissous dans le produit et sa pression partielle dans le récipient est voisine de quatre bars.

A l'équilibre, la pression totale dans le récipient est approximativement de sept bars et la pression de saturation du protoxyde d'azote dans le produit à conditionner est voisine de trois bars. Grâce à la suppression d'azote existant dans le récipient, le produit peut dans ces conditions être normalement restitué avec un foisonnement constant, s'il s'agit d'une mousse, par exemple, et sans qu'il y ait de désorption du protoxyde d'azote dissous dans le produit restant dans le récipient.

Bien entendu, l'invention n'est pas limitée aux modes opératoires et aux modes de réalisation décrits et représentés; on peut y apporter de nombreuses modifications, suivant les applications envisagées, sans sortir, pour cela, du cadre de l'invention.

C'est ainsi, par exemple, que la poche pourrait être complètement fermée, tandis que l'espace compris entre ladite poche et la paroi du récipient serait alors en communication avec la valve pour la restitution du produit aérosol introduit dans cet espace lors du remplissage, la poche étant destinée à contenir le fluide propulseur insoluble dans le produit aérosol.



REVENDEICATIONS

1. - Procédé de conditionnement d'un produit aérosol dans un récipient sous pression muni d'une valve de distribution dudit produit, du type dans lequel on dispose dans le récipient une poche souple déterminant, dans ledit  
5 récipient, deux espaces, l'un interne et l'autre externe à la poche, l'un de ces deux espaces étant relié à la valve, caractérisé en ce qu'on utilise une poche dont la paroi est imperméable aux liquides mais perméable aux gaz, en ce qu'on introduit dans l'espace relié à la valve le produit aérosol dans lequel est dissous un gaz propulseur, et en ce qu'on utilise, dans l'autre espace, un  
10 fluide propulseur pratiquement insoluble dans le produit aérosol.

2. - Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce qu'on utilise comme fluide pratiquement insoluble dans le produit aérosol, l'air qui se trouve naturellement dans l'espace considéré.

3. - Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce qu'on  
15 introduit sous pression, dans l'espace considéré, le fluide pratiquement insoluble dans le produit aérosol.

4. - Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce qu'on fait le vide dans la poche intérieure avant de la remplir.

5. - Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce qu'on  
20 effectue la purge de l'air dans l'espace compris entre la poche intérieure et la paroi du récipient avant de remplir ledit espace.

6. - Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce qu'on remplit l'espace compris entre la poche intérieure et la paroi du récipient au moyen d'une aiguille creuse qu'on pique à travers un pion en élastomère  
25 fixé d'une manière étanche dans le fond du récipient.

7. - Récipient pour la mise en oeuvre du procédé selon la revendication 1 du type comportant deux espaces délimités par une poche intérieure souple, dont l'un est relié à une valve de distribution, caractérisé en ce que la paroi de ladite poche est imperméable aux liquides mais perméable aux gaz,  
30 et en ce que le produit aérosol contient un gaz propulseur dissous, tandis que l'autre espace est rempli d'un fluide propulseur pratiquement insoluble dans le produit aérosol.

8. - Récipient suivant la revendication 7, caractérisé en ce que l'ouverture de la poche intérieure est reliée à la valve.

35 9. - Récipient suivant la revendication 8, caractérisé en ce que l'ouverture de la poche intérieure est fixée d'une manière étanche sur le corps de valve.

10. - Récipient suivant la revendication 8, caractérisé en ce que

l'ouverture de la poche intérieure présente un bourrelet qui constitue le joint entre le col du récipient et la coupelle métallique classique sur laquelle est montée la valve.

11. - Récipient suivant la revendication 8, caractérisé en ce que  
5 l'ouverture de la poche intérieure présente un bourrelet qui constitue le joint entre le corps de valve et la coupelle métallique classique sur laquelle est montée la valve.

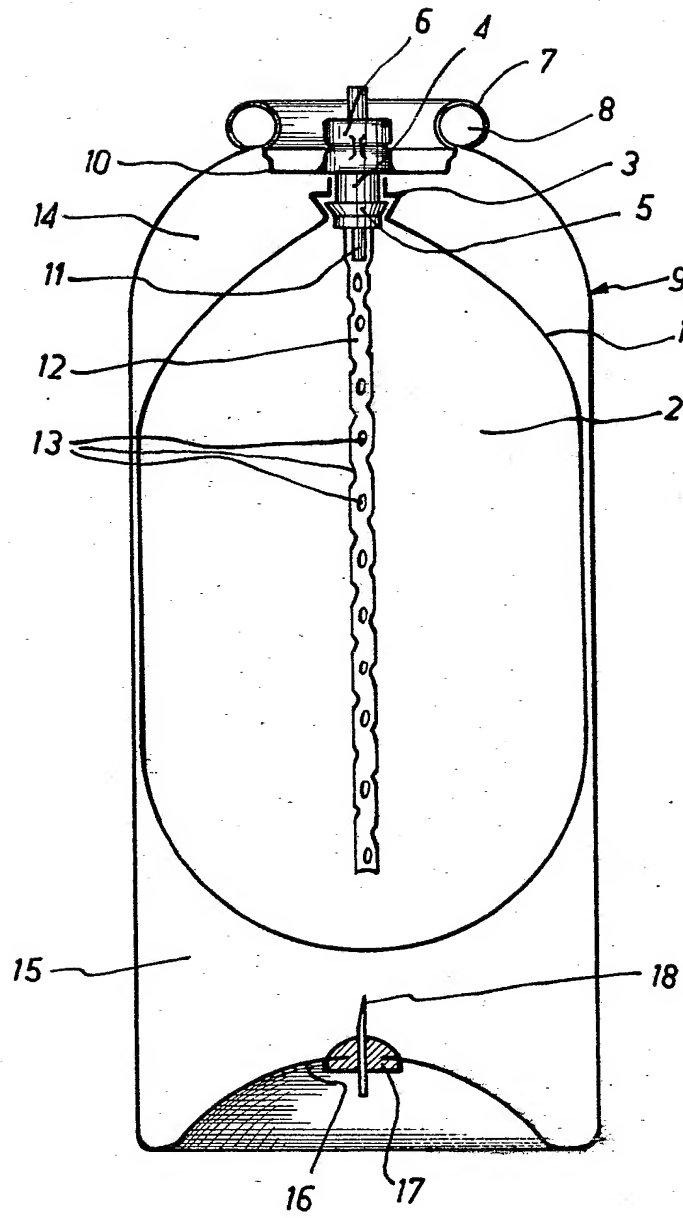
12. - Récipient suivant la revendication 7, caractérisé en ce que le fluide propulseur pratiquement insoluble dans le produit aérosol est à l'état  
10 liquéfié, tel qu'un hydrocarbure éventuellement chlorofluoré ou perfluoré.

13. - Récipient suivant la revendication 7, caractérisé en ce que le fluide propulseur pratiquement insoluble dans le produit aérosol est un gaz, tel que air, azote, ou gaz rare de l'air.

14. - Récipient suivant la revendication 7, caractérisé en ce que le  
15 gaz propulseur soluble dans le produit aérosol est du gaz carbonique  $\text{CO}_2$ .

15. - Récipient suivant la revendication 7, caractérisé en ce que le gaz propulseur soluble dans le produit aérosol est du protoxyde d'azote  $\text{N}_2\text{O}$ .

16. - Récipient suivant la revendication 7, caractérisé en ce que, au gaz propulseur soluble, est associé un liquide propulseur insoluble tel qu'un  
20 hydrocarbure, éventuellement hlogéné, dispersé dans le produit à conditionner sous la forme de fines micelles.



**DERWENT-ACC-NO:** 1975-D4449W**DERWENT-WEEK:** 197513*COPYRIGHT 2008 DERWENT INFORMATION LTD*

**TITLE:** Aerosol container with inner flexible envelope uses two propulsive fluids, one soluble, the other insoluble in product

**PATENT-ASSIGNEE:** AIR LIQUIDE CANADA LTEE[CAAL]**PATENT-FAMILY:**

<b>PUB-NO</b>	<b>PUB-DATE</b>	<b>LANGUAGE</b>
FR 2233843 A	February 14, 1975	FR

**APPLICATION-DATA:**

<b>PUB-NO</b>	<b>APPL-DESCRIPTOR</b>	<b>APPL-NO</b>	<b>APPL-DATE</b>
FR 2233843A	N/A	1973FR-021815	June 15, 1973

**ABSTRACTED-PUB-NO:** FR 2233843 A**BASIC-ABSTRACT:**

Aerosol container with internal flexible envelope dividing the container into two spaces, one connected to the container valve. One of the spaces contains the product, in which is dissolved a propulsive gas. The other space contains a propulsive fluid insoluble or only slightly

soluble in the product. The material of the flexible envelope is permeable to gases but not to liquid.

The product is packed into one of the spaces, with the dissolved propulsive fluid, and the other space is pressurized with the other fluid. Part of the dissolved gas penetrates through the membrane until equilibrium is achieved. The pressure of the insoluble propulsion liquid is considerably greater than the pressure of solution of the product propulsive gas.

**TITLE-TERMS:** AEROSOL CONTAINER INNER FLEXIBLE  
ENVELOPE TWO PROPEL FLUID ONE  
SOLUBLE INSOLUBLE PRODUCT

**DERWENT-CLASS:** Q34